

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-137125

(43)Date of publication of application : 31.05.1996

(51)Int.Cl.

G03G 9/08

(21)Application number : 06-278019

(71)Applicant : MITA IND CO LTD

(22)Date of filing : 11.11.1994

(72)Inventor : SHIMOYAMA AKIHIRO
TEJIMA TAKASHI

(54) TONER FOR DEVELOPING ELECTROSTATIC LATENT IMAGE

(57)Abstract:

PURPOSE: To improve variance in the distribution of electric charges on the surface of a toner contg. toner matrix particles and to attain uniform electrostatic charge by specifying the difference between the absolute value of the ξ -potential of the surfaces of the toner matrix particles and that of the surface of the toner.

CONSTITUTION: This toner consists essentially of toner matrix particles contg. a bonding resin and a colorant and inorg. fine particles selectively fixed on the surfaces of the toner matrix particles. The difference between the absolute value of the ξ -potential of the surfaces of the toner matrix particles and that of the surface of the toner is ≥ 0.5 . The particle diameter of the toner matrix particles is preferably 7-12 μ m. The inorg. particles are preferably one kind among particles of silica, titanium oxide, zinc oxide, aluminum oxide, zirconium oxide or magnesium oxide and the pref. amt. of the inorg. particles is 0.05-1.5wt.% of the amt. of the toner matrix particles. The bonding resin is, e.g. polystyrene or polyethylene. A mixture of two or more kinds of such resins may be used. The colorant is, e.g. carbon black or a copper phthalocyanine pigment.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-137125 ✓

(43) 公開日 平成8年(1996)5月31日

(51) Int.Cl.⁶

G 0 3 G 9/08

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

G 0 3 G 9/08

3 7 4

3 7 5

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号

特願平6-278019

(22) 出願日

平成6年(1994)11月11日

(71) 出願人 000006150

三田工業株式会社

大阪府大阪市中央区玉造1丁目2番28号

(72) 発明者 下山 昭広

大阪市中央区玉造1丁目2番28号 三田工業株式会社内

(72) 発明者 手嶋 孝

大阪市中央区玉造1丁目2番28号 三田工業株式会社内

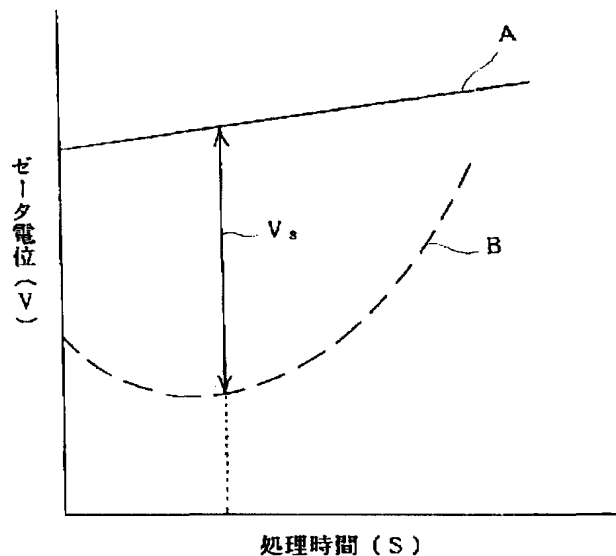
(74) 代理人 弁理士 小野 由己男 (外1名)

(54) 【発明の名称】 静電潜像現像用トナー

(57) 【要約】

【目的】 トナーの表面電荷のばらつきを改善し、均一に帯電した静電潜像現像用トナーを得る。

【構成】 静電潜像現像用トナーは結着樹脂と着色剤とを含むトナー母粒子と、前記トナー母粒子の表面に選択的に固着化された無機微粒子とを備えたトナーであって、前記トナー母粒子表面のゼータ電位の絶対値と前記トナー表面ゼータ電位との差が0.5以上である静電潜像現像用トナー。



【特許請求の範囲】

【請求項1】結着樹脂と着色剤とを含むトナー母粒子と、
前記トナー母粒子の表面に選択的に固着化された無機微粒子とを備えたトナーであって、
前記トナー母粒子表面のゼータ電位の絶対値と前記トナー表面ゼータ電位の絶対値との差が0.5以上である静電潜像現像用トナー。

【請求項2】前記トナー母粒子の粒径は7~12 μ mの範囲内である、請求項1に記載の静電潜像現像用トナー。

【請求項3】前記無機粒子は、シリカ、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化マグネシウムの中から選ばれた1種である、請求項1または2に記載の静電潜像現像用トナー。

【請求項4】前記無機粒子の量は、前記トナー母粒子に対して、0.005~1.5重量%の範囲内である、請求項1~3のいずれかに記載の静電潜像現像用トナー。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、静電潜像現像用トナーに関し、さらに詳しくは、電子写真用の静電潜像現像用トナーに関する。

【0002】

【従来の技術】一般に、静電潜像現像用トナーの表面には正帯電サイトと負帯電サイトとが混在している。所望の帯電量を有するトナー、例えば正電荷のトナーとするために、トナー表面の負電荷サイトを消去する方法として、トナーの表面に正電荷である無機粒子をヘンシェルミキサー、タービュラミキサー、スーパーミキサー等の装置で固着させる方法が知られている。しかしながら、これらの方法では無機粒子の固着が不十分であり、無機粒子が脱離しやすく効果は不十分である。

【0003】無機粒子の脱離を防ぐために機械的衝撃力により固着する方法が試みられている。この方法では、無機微粒子の脱離の問題は改善されるものの、画像にカブリを生じるという問題が残る。また、機械的衝撃力が強すぎる場合には、母粒子の球形化が進行して逆帯電サイトが露出したり、無機粒子がトナー母粒子に埋没したりして、所望の帯電量を有するトナーが得られないため、画像にカブリを生じたり、トナーが飛散するという問題がある。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明が解決しようとする課題は、トナーの表面電荷のばらつきを改善し、均一に帯電したトナーを得ることである。本発明が解決しようとする別の課題は、カブリやトナーの飛散を防止することである。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明に係る静電潜像現

像用トナーは、結着樹脂と着色剤とを含むトナー母粒子と、このトナー母粒子の表面に選択的に固着化された無機微粒子とを備えたトナーである。この時、トナー母粒子表面のゼータ電位の絶対値とトナー表面ゼータ電位との差は0.5以上である。

【0006】前記トナー母粒子の粒径は7~12 μ mの範囲内であることが好ましい。前記無機粒子は、シリカ、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化マグネシウムの中から選ばれた1種であることが好ましい。前記無機粒子の量は、前記トナー母粒子に対して、0.05~1.5重量%の範囲内であることが好ましい。

【0007】以下、本発明を詳細に説明する。前記結着樹脂としては、例えば、ポリスチレン、ポリエチレン、ポリプロピレン、ビニル系樹脂、ポリアクリレート、ポリメタクリレート、ポリ塩化ビニリデン、ポリアクリロニトリル、ポリエーテル、ポリカーボネート、熱可塑性ポリエステル、セルロース系樹脂、およびこれらのモノマーの共重合体等、種々の熱可塑性樹脂または、変性アクリル樹脂、フェノール樹脂、メラミン樹脂、ユリア樹脂等の熱硬化性樹脂があげられる。これらの2種以上を混合して用いてもよい。

【0008】前記着色剤としては、各種システムに応じた染料が使用され、カーボンブラック、銅フタロシアニン系染料、アゾレーキ染料、ベンジジン系染料等があげられる。本発明に係るトナーは、磁性粉を含んでもよい。磁性粉としては、通常使用されているものを使用すればよく、鉄、マンガン、ニッケル、コバルト等の金属粉末、マグネタイト、銅-亜鉛フェライト、バリウム-亜鉛フェライト、マンガン-亜鉛フェライト、リチウム-亜鉛フェライト、マグネシウム-マンガンフェライト、マグネシウム-銅-亜鉛フェライト、バリウム-ニッケル-亜鉛フェライト、バリウム-銅-亜鉛フェライト等の各種フェライトが好ましい。特にマグネタイトが好適に使用される。これらの磁性粉の粒径は0.8 μ m以下、特に0.1 μ m以下のものが好ましい。

【0009】さらに、前記トナー母粒子は、必要に応じて荷電制御剤や離型剤を含んでもよい。使用量や添加方法等は常法にしたがえばよい。荷電制御剤としては、一般的に使用されているものを用いればよく、例えば、正電荷制御用の荷電制御剤としては、塩基性窒素原子を有する有機化合物、例えば塩基性染料、アミノピリン、ピリジン化合物、多核ポリアミノ化合物、アミノシラン類等があげられる。負電荷制御用の荷電制御剤としては、ニグロシンベース、オイルブラック、スピロンブラック等の油溶性染料、含金属アゾ染料、ナフテン酸金属塩、アルキルサリチル酸の金属塩、脂肪酸石鹼、樹脂脂肪酸石鹼等があげられる。

【0010】離型剤としては低分子量ポリプロピレン等が挙げられる。本発明で使用するトナー母粒子の粒径は

10

20

30

40

50

7~12 μ mの範囲内であることが好ましい。粒径が7 μ mより小さい場合には、画像濃度が不十分になる恐れがある。また、粒径が12 μ mより大きい場合には、画像における解像度が劣る場合がある。

【0011】前記トナー母粒子表面には、選択的に固着化された無機微粒子を備えている。この無機粒子はトナー母粒子表面の所望の帯電サイトと逆の電荷を有しており、トナー母粒子の表面の消去すべき帯電サイト（所望の帯電性と逆帯電サイト）に機械的衝撃力により固着されている。本発明に係る静電潜像現像用トナーは、前記トナー母粒子表面のゼータ電位の絶対値と前記トナー表面ゼータ電位との差が0.5以上である。表面ゼータ電位の差が0.5より小さい場合には、無機粒子の固着が不充分になり、所望のゼータ電位を有するトナーが得られない。また、無機粒子がトナー母粒子に埋没したり、母粒子が球形化して新しい界面が現れたりすることで、トナーの帯電が不均一になる場合がある。

【0012】前記ゼータ電位の測定は、例えば、コールターエレクトロニクス社製の測定機器「DELSA440」を用いて行うのがよい。前記無機微粒子を選択的に固着する手段としては、ハイブリダイゼーション、オンデミル、メカノミル等の前記表面改質装置を用いることができる。前記表面改質装置による固着化の条件は使用する装置により異なるが、回転数は1200rpm~8000rpmであることが好ましく、回転数2000rpm~3600rpmであることがさらに好ましい。回転数1200rpmより遅い場合には無機粒子の固着が不充分になり、所望のゼータ電位を有するトナーが得られなかったり、無機微粒子が凝集したまま固着される。また、回転数8000rpmより速い場合には無機粒子がトナー母粒子に埋没したり、母粒子が球形化して新しい界面が現れたりすることで、トナーの帯電が不均一になる。

【0013】前記表面改質装置による固着化処理の時間は、30秒間~180秒間であることが好ましく、60秒間~90秒間であることがさらに好ましい。処理時間が180秒間より長い場合には、無機粒子がトナー母粒子に埋没したり、母粒子が球形化して新しい界面が現れたりすることで、トナーの帯電が不均一になる。また、30秒間より短い場合には、無機粒子の固着が不充分になり、所望のゼータ電位を有するトナーが得られない。

【0014】前記無機粒子としては、シリカ、酸化チタン、酸化アルミニウム等があげられ、特に、疎水性シリカは耐環境性に優れ、トナーの流動性改善や帯電安定性により大きく寄与するという点で好ましく、好適に使用される。前記無機微粒子を具体的に例示すると、疎水性シリカでは、「RA130H」、「R974」、「R972」、「R202」、「R805」、「R812」

（以上、日本アエロジル社製）、「タラノックス500」（タルコ社製）、「Cab-O-Sil」、「M-

5」、「MS-7」、「MS-75」、「HS-5」、「EH-5」、「S-17」、「TS-720」（以上、キャボット社製）、「HVA-2150」（ヘキスト・アンド・ワッカー社製）等がある。酸化チタンでは、「Titanium Dioxide P25」、「T-805」（以上、日本アエロジル社製）、「チタンブラック12S」（三菱金属社製）等がある。酸化アルミニウムでは、「Aluminium Oxide C」（以上、日本アエロジル社製）等がある。これら以外に酸化亜鉛、酸化ジルコニウム、酸化マグネシウム等も使用することができる。

【0015】前記無機粒子の使用量は、前記トナー母粒子に対して、0.05~1.5重量%の範囲内であることが好ましく、0.1~1.2重量%の範囲内であることがさらに好ましい。0.05重量%より少ない場合には、所望のゼータ電位を有するトナーが得られなかったり、帯電極性が不均一となるおそれがある。また、1.5重量%より多い場合には、過帯電により画像濃度不足が起こるおそれがある。

【0016】前記無機微粒子の粒径は、0.002~0.200 μ mの範囲であることが好ましく、0.005~0.100 μ mの範囲であることがさらに好ましい。粒径が0.002 μ mより小さい場合には、画像濃度不良、ドラムフィルミングが生じるおそれがある。また、粒径が0.200 μ mより大きい場合には、トナーの帯電性の制御が困難となるおそれがある。

【0017】

【作用】図1は、同一の表面改質装置により、トナー母粒子のみを処理した場合Aと、トナー母粒子と同時に無機微粒子を投入して固着化処理を施した場合Bにおいて、それぞれ、処理時間とゼータ電位との関係を示したグラフである。Aの場合には、処理時間が長くなると母粒子の球形化が進行し、母粒子の逆帯電サイトが露出してくるためゼータ電位は増加する。Bの場合には、無機微粒子の固着化されて母粒子表面の逆帯電サイトが消失していくに伴いゼータ電位は減少する。このゼータ電位はある点において極小値を示し、その後は固着化の程度が強くなるにつれて無機微粒子が母粒子表面に埋没するため、ゼータ電位は大きくなり、Aの場合の状態に近づく。

【0018】本発明では、ゼータ電位の差を測定することにより、トナー母粒子表面に固着された無機微粒子の固着化の程度（量やトナー母粒子への埋没度等）を制御している。すなわち、同一の処理時間においてAの場合のゼータ電位の絶対値とBの場合のゼータ電位の絶対値ゼータ電位の絶対値との差V_zが0.5以上である時、トナー表面の所望の帯電量に対する逆帯電サイトが減少し、トナーの表面電位のばらつきを改善することができる。この結果、帯電量が均一なトナーが得られる。

【0019】

【実施例】

10

20

30

40

50

実施例 1*** * [トナー母粒子の製造]****(トナー組成)**

		重量部
結着樹脂	スチレンアクリル系樹脂	100
磁性粉 (着色剤)	マグネタイト (BL-220、チタン工業社製)	60
荷電制御剤	FCA-201-PZ (藤倉化成社製)	3
離型剤	ピスコール550 (三洋化成社製)	3

上記組成物を混合し、熔融混練した後、粉碎、分級して平均粒径 $11\mu\text{m}$ のトナー母粒子を製造した。

【0020】このトナー母粒子に、トナー母粒子に対して1.0重量%の疎水性シリカ (HV K-2150、ヘキスト・アンド・ワッカー社製) の微粒子を添加し、ハイブリダイザー機に入れ、2400rpmの回転数で60秒間混合処理してトナー1を得た。

実施例 2

回転数を2800rpmにしたこと以外は実施例1と同様にしてトナー2を得た。

【0021】実施例 3

120秒間混合したこと以外は実施例1と同様にしてトナー3を得た。

実施例 4

150秒間混合したこと以外は実施例1と同様にしてトナー4を得た。

実施例 5

30秒間混合したこと以外は実施例1と同様にしてトナー5を得た。

【0022】比較例 1

10秒間混合したこと以外は実施例1と同様にして比較トナー1を得た。

※ 比較例 2

240秒間混合したこと以外は実施例1と同様にして比較トナー2を得た。得られたトナー1～5および比較トナー1、2を用いて強制劣化評価を行った。結果を表1に示した。

【0023】〔ゼータ電位の測定方法〕測定機器「DELSA440」(コールターエレクトロニクス社製)を用いて測定した。

〔強制劣化評価方法〕強制劣化評価方法は、非接触型の磁性一成分現像ユニットにトナー試料50gを入れ、画像評価基準機にセットして初期画像サンプルを得た後、同ユニットを取り出しエージング装置にセットして行った。なお、現像スリーブの回転速度は50rpmとし、エージングは2時間行った。エージング終了後、同ユニットからトナーをサンプリングし被覆面積率を測定した。

【0024】〔被覆面積率の測定方法〕電子顕微鏡によってトナーの拡大写真を撮り、この写真から画像解析装置を用いてトナー表面に占める無機粒子の面積割合を算出した。

【0025】**【表1】**

	母粒子の ゼータ電位 (mV)	トナー粒子の ゼータ電位 (mV)	ゼータ電位 の差	被覆表面率	
				試験前	試験後
実施例 1	11.41	7.78	3.63	24.02	22.23
実施例 2	11.41	7.16	4.25	24.12	23.45
実施例 3	11.41	9.53	1.88	22.65	20.12
実施例 4	11.41	9.81	1.60	21.36	20.01
実施例 5	11.41	10.90	0.51	23.88	18.98
比較例 1	11.41	11.08	0.33	23.51	13.26
比較例 2	11.41	10.96	0.45	16.85	15.12

【0026】ゼータ電位の差が0.5以上である場合には、強制劣化試験を行った後の被覆面積率があまり減少しておらず、無機微粒子がしっかりと固着されていることがわかる。また、ゼータ電位の差が0.5より小さい

場合には、強制劣化試験を行った後の被覆面積率がかなり減少しており、無機微粒子の固着度合いが弱いことがわかる。

【0027】

【発明の効果】本発明の静電潜像現像用トナーは、トナー母粒子の表面に無機微粒子を選択的に固着化させる際に、トナー母粒子表面のゼータ電位の絶対値とトナー表面ゼータ電位との差が0.5以上となるように制御することにより、トナー表面電荷のばらつきを改善することができる。この結果、均一に帯電したトナーを得ることができる。

【0028】前記無機粒子の使用量が、前記トナー母粒子に対して、0.05～1.5重量%の範囲内である場合には、より均一に帯電したトナーを得ることができ、本発明の静電潜像現像用トナーは、均一に帯電して*

*いるため、画像上のカブリやトナーの飛散を防止することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】処理時間とゼータ電位との関係を説明するグラフ。

【符号の説明】

A トナー母粒子のみを処理した場合

B トナー母粒子と同時に無機微粒子を投入して固着化処理を施した場合

10 V_s 同一の処理時間におけるAのゼータ電位とBのゼータ電位との差

【図1】

